

Examiner's Copy

## TARGET FOR SPUTTERING

Patent Number: JP4308081  
Publication date: 1992-10-30  
Inventor(s): TANAKA HIROSHI; others: 04  
Applicant(s):: TOSOH CORP  
Requested Patent: ☐ JP4308081  
Application Number: JP19910099815 19910405  
Priority Number(s):  
IPC Classification: C23C14/34 ; H01L21/285  
EC Classification:  
Equivalents: JP3134340B2

### Abstract

**PURPOSE:**To reduce the fraction defective of products by specifying the percentage of single crystals and/or macro-grains of the constituents of a target.

**CONSTITUTION:**When plural target chips 1, 2 having different compsns. are combined, integrated and set on a substrate 4 to form a target for sputtering, the percentage of single crystals and/or macro-grains of the constituents of the target is regulated to  $\geq 20\%$  by area in a cross section parallel to the surface to be sputtered and two or more among high m.p. metals and Si are used as the materials of the target chips. The high m.p. metals are W, Mo, Ta and Nb. Si and W or W and Ti are used for the material of target chip. The productivity of the target can be improved.

.....  
Data supplied from the esp@cenet database - I2

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平4-308081

(43) 公開日 平成4年(1992)10月30日

(51) Int.Cl. <sup>5</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 2 3 C 14/34		8414-4K		
H 0 1 L 21/285	S	7738-4M		
	3 0 1 T	7738-4M		

審査請求 未請求 請求項の数5(全 6 頁)

(21) 出願番号 特願平3-99815

(22) 出願日 平成3年(1991)4月5日

(71) 出願人 000003300

東ソー株式会社

山口県新南陽市開成町4560番地

(72) 発明者 田中 博志

東京都町田市中町3丁目18番6号

(72) 発明者 竹林 忠夫

神奈川県川崎市多摩区中野島1048番地1号

(72) 発明者 樋高 宏昭

神奈川県海老名市河原口2398番地

(72) 発明者 花輪 浩一

神奈川県横浜市麻生区上麻生1027番地2号

(72) 発明者 関根 慎二

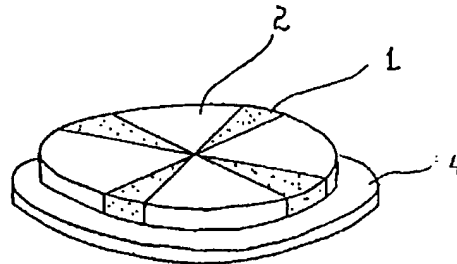
神奈川県川崎市多摩区菅北浦1丁目5番地  
22号

(54) 【発明の名称】 スパッタリングターゲット

(57) 【要約】 (修正有)

【構成】 シリコン及び／又は高融点金属からなるモザイクターゲットで、ターゲット構成物質の単結晶もしくは巨大粒の占める割合が、スパッタリング面に平行なターゲットの断面において20%以上の面積比率であるスパッタリングターゲット。

【効果】 このターゲットを用いると、スパッタリング中に成膜表面へのパーティクルの付着が少ない。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】複数の組成の異なるターゲット片を組み合わせて一体化し基板上に載置してなるスパッタリングターゲットにおいて、ターゲット構成物質の単結晶及び／又は巨大粒の占める割合が、スパッタリング面に平行なターゲットの断面において20%以上の面積比率であることを特徴とするスパッタリングターゲット。

【請求項2】ターゲット片材料が高融点金属およびシリコンからなる群から選ばれる二種以上である請求項1記載のスパッタリングターゲット。

【請求項3】高融点金属がタングステン、モリブデン、チタン、タンタル、ニオブである請求項2記載のスパッタリングターゲット。

【請求項4】ターゲット片材料がシリコンとタングステンである請求項1または請求項2記載のスパッタリングターゲット。

【請求項5】ターゲット片材料がタングステンとチタンである請求項1または請求項2記載のスパッタリングターゲット。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明はスパッタリングターゲットに関わり、スパッタリングによる成膜に於いて、特に微細粒子（パーティクル）の付着をきらう成膜、例えば超LSIのゲート電極、配線、バリアメタルとして使用される薄膜の形成等に用いられるスパッタリングターゲットに関する。

## 【0002】

【従来の技術とその問題点】近年、超LSIの高集積化にともない、タングステン、モリブデン、チタン、タンタル、ニオブ等の高融点金属を含む材料が超LSIの電極材料、配線材料、バリアメタル材料等として多用されている。このような各種材料の薄膜化の一つの有用な方法は、スパッタリングによる成膜法であり、この方法が現在の超LSI製造工程で広く用いられていることは周知の通りである。

【0003】以下にスパッタリング法による高融点金属のシリサイド膜形成を例に、従来技術とその問題点を説明する。

【0004】従来、スパッタリング法によって上述したシリサイド薄膜を形成する際、シリサイドとシリコンの混合粉を加圧焼結した焼結体ターゲットが用いられていた。このような焼結体ターゲットを用いたスパッタリング成膜では次のような不都合が生じ問題となっている。

【0005】第一にシリサイド膜への不純物混入の問題である。これはターゲット製造時における原料の粉砕、および原料粉の調整工程でガス成分や金属系不純物が不可避免的にターゲット中に混入することによる。これらの不純物はスパッタリング成膜中にシリサイド膜にとりこまれ、超LSIの動作不良の原因となり、超LSIの生

産歩留まりを著しく低下させるなど問題となっている。

【0006】第二にスパッタリング中のパーティクル発生の問題である。パーティクルとはターゲットをスパッタした際、ターゲットから飛散した微粒子がウエハー上に堆積したものである。ウエハー上にパーティクルが存在すると、配線や電極の短絡、断線等の欠陥を引き起こし、生産の歩留まりを著しく低下させる。通常、パーティクルの許容サイズは配線幅の1/10以下とされ、例えば配線幅が約0.8μmの4メガビットLSIでは0.08μm以下でなければならない。前述したような焼結体ターゲット用いたスパッタリング成膜ではパーティクル発生が著しく、大きな問題となっている。

【0007】上述第一の問題を解決するため、シリコンの多結晶体と高融点金属の多結晶体とがスパッタリング面において適当な面積比になるように形成されたターゲット片を組み合わせて一体化したモザイク状のスパッタリングターゲットが提案され、使用されている。これらのモザイク状ターゲットは粉碎工程、粉末調整工程を経ずに製造されるため、不純物混入を回避でき、高純度なシリサイド膜を得る上で有用な手段であった。一方、パーティクル発生量については従来の焼結体ターゲットに比べ若干の減少がみられたものの、実用上十分な解決にはいたっていない。即ち、上述の第二の問題点が今なお深刻であることに変わりはなく、パーティクル発生が抑制できるターゲットの開発が切望されていた。

【0008】以上、高融点金属のシリサイド膜形成を例に説明したが、一般に、高融点金属同士のその他の組み合わせの材料についても同様の不都合が生じ、問題となっている。

## 【0009】

【問題点を解決するための手段】本発明者等は、かかる問題点を解決するために鋭意検討を行った結果、ターゲット材に、構成物質の単結晶もしくは巨大粒をある割合以上用いることで、パーティクルの抑制が達成されるとの知見を得、本発明を完成するに至った。

【0010】即ち本発明は、複数の組成の異なるターゲット片を組み合わせて一体化し基板上に載置してなるスパッタリングターゲットにおいて、ターゲット構成物質の単結晶及び／又は巨大粒の占める割合が、スパッタリング面に平行なターゲットの断面において20%以上の面積比率であることを特徴とするスパッタリングターゲットを提供するものである。ここで巨大粒とは粒径が5mm以上の結晶粒を意味するものとする。

【0011】以下、本発明のターゲットについてさらに詳細に説明する。

【0012】本発明のターゲット材は、単結晶及び／又は巨大粒からなる金属、又は、単結晶及び／又は巨大粒を含む。又、特に、シリコンおよび高融点金属、例えばタングステン、モリブデン、チタン、タンタル、ニオブ、ハフニウム、ジルコニウム、バナジウム、レニウ

ム、クロム、白金、イリジウム、オスミウム、ロジウムからなる群から選ばれる二種以上を用いることも好ましい態様である（本発明で言う高融点金属は、1400℃以上の融点を持つ金属を意味する）。本発明のターゲット材として用いる単結晶あるいは巨大粒の製法に関しては何等限定はないが、一般的にフローティングゾーン法、チョクラルスキー法等の熔融・凝固法、二次再結晶法等が考えられる。

【0013】これら素材は、組成の異なるターゲット片を、例えば1/2づつ併置したり、通常はモザイク状に配列し、例えばインジウムなどの半田材を用いて直接バックリングプレートにボンディングしてターゲットとする。ここで、組成の異なるターゲット片の使用割合は、目的とする膜の組成に対応する組成とするが、構成物質の少なくとも1種の単結晶もしくは巨大粒が、本発明で限定した割合の面積比率となるように構成することが必要である。本発明のターゲットの形状は特に限定されず、円形、角型いずれでもよい。又、その大きさは、例えば円形の場合、直径75～300mm、厚さ3～10mm程度である。

【0014】スパッタリング面に平行なターゲットのあらゆる断面において、構成物質の単結晶もしくは巨大粒が面積比率20%以上を占めることは、スパッタリング面に平行な断面の、ターゲットを構成する物質群の、単一結晶もしくは複数の巨大粒によって占められている面積の総和が、スパッタリング面の面積の20%以上であることを意味する。上述の面積比率が20%を下回る場合でも本発明の効果は皆無ではないが、20%を超える付近から著しい効果が現れる。さらに20%以上では上述の面積比率は高いほど効果が高くなる。

【0015】本発明を用いることによって成膜面のパーティクル生成が抑制される理由は必ずしも明確ではないが次のように考えられる。

【0016】第一に、単結晶もしくは巨大粒の使用でターゲット中の微細な空隙が飛躍的に減少したことが挙げられる。ターゲット中の微細な空隙はパーティクル発生の一因とみられるスパッタリング中の異常放電が誘起する。従来の焼結体ターゲットや多結晶体を用いたモザイク状ターゲットにおいては、粒界などに無数の微細な空隙が存在していた。これに対し、単結晶や巨大粒はそれ自身が高密度な素材であるため上述した弊害は激減する。

【0017】第二に、単結晶もしくは巨大粒の利用によるターゲット内の偏析不純物の低減が挙げられる。ターゲット中の偏析した不純物は異常放電を誘発しやすいとされている。本発明者らは、偏析不純物の低減化を、単結晶もしくは巨大粒を用いることによりはかれるとの知見を得、本発明を完成した。焼結体ターゲットはもとより従来のモザイク状ターゲットには多結晶体が用いられていたが、これら多結晶体は一般に粉末冶金法もしくは

溶解法により作製されており、いずれの方法でもガス成分は除去し難く、結晶粒界に窒素、酸素、二酸化炭素等のガス成分が残存されやすい。これらのガス成分は、母材もしくは不純物として存在している他の金属元素と結合して、金属酸化物、金属窒化物、金属炭化物などを生成し、粒界に偏析不純物として存在し異常放電の原因となると考えられる。また、従来の焼結体ターゲットの製造中に混入した不純物もまた異常放電の一因であったことは言うまでもない。これに対し、本発明のターゲットは結晶粒界が従来のターゲットに比べて著しく少ないため、窒素、酸素、二酸化炭素等のガス成分は母材中に均一に固溶し、上述の偏析不純物は減少する。その結果スパッタリング中の異常放電が回避され、パーティクルの発生数が激減したものと考えられる。

【0018】本発明のターゲットを用いると成膜速度の向上も達成できる。成膜速度は超L S I生産時の生産性に直接関わるため、その向上は工業的に大変有益である。成膜速度を増すにはスパッタリング時の投入電力を増加すれば良い。しかしながら、投入電力の増加と共に異常放電頻度も増加し、パーティクルが多量に発生するため、従来技術では成膜速度の向上が困難であった。一方、本発明のターゲットは異常放電の発生原因が飛躍的に取り除かれているため、パーティクル発生を抑制しつつ投入電力を増加でき、成膜速度の向上が達成される。

【0019】

【発明の効果】以上述べたように、本発明によってスパッタリング中に発生するパーティクルが抑制され、さらに、パーティクルを抑制しつつ成膜速度を向上させることができる。これにより、超L S I等、パーティクルが歩留まりに大きな影響を持つ製造現場において、生産性の向上、製品不良率の低下等その工業的価値は絶大である。又、本発明のターゲットは、製造段階での粉碎、粉末調整工程が不要なので、従来のモザイク状ターゲットと同様またはそれ以上に高純度化が容易であり、超L S I製造用に最適である。又、本発明の効果は、物質によらず、モザイク状ターゲット一般に応用できるものと期待される。

【0020】

【実施例】以下、実施例により本発明を更に詳しく説明するが、本発明は何等これらに限定されるものではない。

【0021】

【実施例1】図1に示すような形状で、純度99.99%の単結晶タングステン板と純度99.999%の単結晶シリコン板を用い、バックリングプレート（図1の4）上にボンディングし、タングステン部（図1の1）とシリコン部（図1の2）の面積比が1:3.44であるタングステン-シリコン系モザイク状ターゲットを製造した。

【0022】タングステン部とシリコン部の結晶面はそ

れぞれ(111)面と(110)面を用いた。ターゲットの大きさは直径150mm、厚さ5mmである。このターゲットを用いて、DCマグネトロンスパッタリング装置により以下の条件で薄膜を形成した。

【0023】

投入電力：600W

成膜時間：10分間

Ar圧力：0.5 Pa

基板：6インチφ Siウェハー(100)面

成膜後、基板上に存在する0.1μm以上のパーティクルを市販のウェハー・ゴミ検査装置にて測定した。測定結果を表1に示す。

【0024】

【実施例2】実施例1と純度、面積比、配置およびサイズが同様で、シリコン部は全て単結晶シリコンからなり、タングステン部は巨大粒(結晶面はランダム)が20%を占め、粒径5mm未満の結晶粒(結晶面はランダム)が80%を占めるようなタングステン-シリコン系モザイク状ターゲットを、実施例1と同様にして作製した。シリコン部の結晶面は(110)面である。

【0025】このターゲットを用いて実施例1と同様の条件で成膜し、パーティクル測定を行った。測定結果を表1に示す。

【0026】

【実施例3】実施例1と純度、面積比、配置およびサイズが同様で、シリコン部は巨大粒(結晶面はランダム)が25%を占め、粒径5mm未満の結晶粒(結晶面はランダム)が75%を占め、一方、タングステン部についても巨大粒(結晶面はランダム)が25%を占め、粒径5mm未満の結晶粒(結晶面はランダム)が75%を占めるようなタングステン-シリコン系モザイク状ターゲットを、実施例1と同様にして作製した。

【0027】このターゲットを用いて、実施例1と同様の条件で成膜し、パーティクル測定を行った。測定結果を表1に示す。

【0028】

【実施例4】実施例1のターゲットを用い、投入電力を1000Wとした以外は実施例1と同様の条件で成膜しパーティクル測定を行った。測定結果を表1に示す。

【0029】

【実施例5】図2に示すような形状で、純度99.99%の単結晶タングステン板と純度99.999%の単結晶チタン板を用い、バックングプレート(図2の4)上にボンディングし、タングステン部(図2の1)とチタン部(図2の3)の面積比2.10:1.00であるタングステン-チタン系モザイク状ターゲットを製造した。

【0030】タングステン部とチタン部の結晶面はいずれも(111)面を用いた。ターゲットの大きさは直径150mm、厚さ5mmである。このターゲットを用い

て、DCマグネトロンスパッタリング装置により以下の条件で薄膜を形成した。

【0031】

投入電力：700W

成膜時間：8分間

Ar圧力：0.5 Pa

基板：6インチφ Siウェハー(100)面

成膜後、基板上に存在する0.1μm以上のパーティクルを市販のウェハー・ゴミ検査装置にて測定した。測定結果を表2に示す。

【0032】

【実施例6】実施例5と純度、面積比、配置およびサイズが同様で、チタン部は巨大粒(結晶面はランダム)が20%を占め、粒径5mm未満の結晶粒(結晶面はランダム)が80%を占め、タングステン部は全て単結晶タングステンからなるタングステン-チタン系モザイク状ターゲットを、実施例5と同様にして作製した。タングステン部の結晶面は(111)面である。

【0033】このターゲットを用いて、実施例5と同様の条件で成膜し、パーティクル測定を行った。測定結果を表2に示す。

【0034】

【実施例7】実施例5と純度、面積比、配置およびサイズが同様で、チタン部は巨大粒(結晶面はランダム)が25%を占め、粒径5mm未満の結晶粒(結晶面はランダム)が75%を占め、一方、タングステン部についても巨大粒(結晶面はランダム)が25%を占め、粒径5mm未満の結晶粒(結晶面はランダム)が75%を占めるようなタングステン-チタン系モザイク状ターゲットを、実施例5と同様にして作製した。

【0035】このターゲットを用いて、実施例5と同様の条件で成膜し、パーティクル測定を行った。測定結果を表2に示す。

【0036】

【実施例8】実施例5のターゲットを用い、投入電力を1200Wとした以外は実施例5と同様の条件で成膜しパーティクル測定を行った。測定結果を表2に示す。

【0037】

【比較例1】実施例1と純度、面積比、配置およびサイズが同様で、シリコン部は巨大粒(結晶面はランダム)が15%を占め、粒径5mm未満の結晶粒(結晶面はランダム)が85%を占め、一方、タングステン部についても巨大粒(結晶面はランダム)が15%を占め、粒径5mm未満の結晶粒(結晶面はランダム)が85%を占めるようなタングステン-シリコン系モザイク状ターゲットを、実施例1と同様にして作製した。

【0038】このターゲットを用いて、実施例1と同様の条件で成膜し、パーティクル測定を行った。測定結果を表1に示す。

【0039】

【比較例2】従来品で実施例1と純度、面積比、配置およびサイズが同様で多結晶タングステンおよび多結晶シリコンからなるタングステン-シリコン系モザイク状ターゲットを用い、実施例1と同様の条件で成膜した。このターゲットは、本発明で意味する単結晶もしくは巨大粒を含まない。成膜後、実施例1と同様のパーティクル測定を行った。測定結果を表1に示す。

【0040】

【比較例3】比較例2の従来品ターゲットを用い、実施例4と同様にして成膜し、パーティクル測定を行った。10 測定結果を表1に示す。

【0041】

【比較例4】従来品でタングステンとシリコンのモル比が1:2.75、純度99.999%、相対密度99%で実施例1と同じサイズの焼結体タングステンシリサイドターゲットを用いて、実施例1と同様の条件で成膜しパーティクル測定を行った。測定結果を表1に示す。

【0042】

【比較例5】比較例4の従来品のターゲット用い、実施例4と同様にして成膜しパーティクル測定を行った。20 測定結果を表1に示す。

【0043】

【比較例6】実施例5と純度、面積比、配置およびサイズが同様で、チタン部は巨大粒（結晶面はランダム）が15%を占め、粒径5mm未満の結晶粒（結晶面はランダム）が85%を占め、一方、タングステン部についても巨大粒（結晶面はランダム）が15%を占め、粒径5mm未満の結晶粒（結晶面はランダム）が85%を占め

表1

	単結晶/巨大粒 占有面積率 <sup>1)</sup> (%)	投入電力 (W)	発生パーティクル数 <sup>2)</sup> (%)
実施例1	100	600	10
実施例2	82	600	15
実施例3	25	600	30
実施例4	100	1000	13
比較例1	15	600	76
比較例2	0	600	100
比較例3	0	1000	180
比較例4	0	600	305
比較例5	0	1000	513

1): ターゲットのスパッタリング面において単結晶、巨大粒が占める面積割合

2): 比較例2の結果に対する相対値

表2

	単結晶/巨大粒 占有面積率 <sup>1)</sup> (%)	投入電力 (W)	発生パーティクル数 <sup>2)</sup> (%)
実施例5	100	700	8
実施例6	74	700	15
実施例7	25	700	28
実施例8	100	1200	13
比較例6	15	700	91

るようなタングステン-チタン系モザイク状ターゲットを、実施例5と同様にして作製した。

【0044】このターゲットを用いて、実施例5と同様の条件で成膜し、パーティクル測定を行った。測定結果を表2に示す。

【0045】

【比較例7】従来品で実施例5と純度、面積比、配置およびサイズが同様で多結晶タングステンおよび多結晶チタンからなるタングステン-チタン系モザイク状ターゲットを用い、実施例5と同様の条件で成膜した。このターゲットは、本発明で意味する単結晶もしくは巨大粒を含まない。成膜後、実施例5と同様のパーティクル測定を行った。測定結果を表2に示す。

【0046】

【比較例8】比較例7のターゲットを用い、実施例8と同様にして成膜し、パーティクル測定を行った。測定結果を表2に示す。

【0047】

【比較例9】従来品でタングステンとチタンのモル比が2.34:1.00、純度99.999%、相対密度99%で実施例5と同じサイズの焼結体タングステン-チタンターゲットを用いて、実施例5と同様の条件で成膜しパーティクル測定を行った。測定結果を表2に示す。

【0048】

【比較例10】比較例9のターゲット用い、実施例8と同様にして成膜しパーティクル測定を行った。測定結果を表2に示す。

【0049】

	9		10
比較例7	0	700	100
比較例8	0	1200	195
比較例9	0	700	285
比較例10	0	1200	476

1) : ターゲットのスパッタリング面において単結晶、巨大粒が占める面積割合

2) : 比較例7の結果に対する相対値

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の実施例中のタングステン-シリコン系  
モザイク状ターゲットの概念図。

【図2】本発明の実施例中のタングステン-チタン系モ  
ザイク状ターゲットの概念図。

【符号の説明】

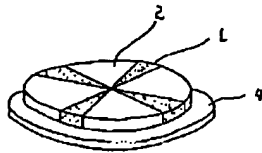
1 : タングステン部

2 : シリコン部

3 : チタン部

4 : ターゲットのパッキングプレート

【図1】



【図2】

